SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-0344-1989

Asam asetat glasial dan teknis, Cara uji

ICS 71.080.40

Badan Standardisasi Nasional

CARA UJI ASAM ASETAT GLASIAL DAN TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara uji batas untuk warna, penentuan kadar asam asetat, penentuan sisa penguapan, penentuan kadar besi, uji batas klorida anorganik, uji batas sulfat anorganik, uji batas logam berat, penentuan kadar asam formiat dan penentuan kadar asetaldehyde dalam asam asetat glasial dan teknis.

2. CARA UJI

2.1. Uji Batas Warna

2.1.1. Prinsip

Uji batas warna dilakukan dengan cara membandingkan warna contoh dengan warna standar.

2.1.2. Alat dan Pereaksi

2.1.2.1. Alat yang dipergunakan

(1) Kobalt klorida heksahidrat

(2) Asam klorida pekat BJ = 1,18

(3) Pereaksi Asam Kloroplatinat
Larutkan 250 mg platina dengan sedikit aqua regia dalam sebuah cawan gelas atau porselin dengan pemanas penangas air. Bila logam tersebut telah larut, larutan diuapkan sampai kering. Tambah 1 ml asam klorida dan uapkan lagi sampai kering. Ulangi pekerjaan ini dua kali lagi.

2.1.3. Prosedur

2.1.3.1. Penyiapan Standar Warna

Larutkan 0,50 g Kobalt klorida heksanidrat dan semua asam Kloroplatinat yang telah disiapkan seperti di atas dalam 50 ml asam klorida.
Jika perlu dihangati untuk memperoleh larutan jernih dan setelah didinginkan pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, dan encerkan sampai tanda. Pipet 5,0 ml atau 20,0 ml dari larutan tersebut, masukkan ke dalam labu ukur 250 ml, encerkan dengan air sampai tanda. Larutan ini masing-masing mempunyai warna 10 dan 40 satuan Hazen (Hazen unit) dan selalu harus diuapkan baru.

2.1.3.2. Pengujian

Salah satu tabung Nessler diisi dengan contoh sampai tanda, dan satunya lagi dengan standar warna yang tersedia. Bandingkan warna menggunakan latar belakang putih.

2.2. Penentuan Kadar Asam Asetat

2.2.1. Prinsip

Contoh dititrasi dengan larutan Natrium hidroksida standar menggunakan penunjuk Phenophthalein Koreksi dilakukan bila terdapat asam formiat.

2.4. Penentuan Kadar Besi

2.4.1. Prinsip

Besi yang ada dirubah menjadi senyawa sulfat dengan menguap besi yang ada dirubah menjadi senyawa sulfat dengan menguapkan contoh sampai kering dengan penambahan asam sulfat, dan besi ditetapkan secara kolorimetris dengan 2,2 bipyridyl.

Catatan :

Meskipun metoda ini khusus menggunakan Spectrophotometer atau photometer, tetapi bisa juga digunakan prosedur lain yakni pembandingan visual dari larutan uji dengan sederetan larutan standar pembanding.

2.4.2. Alat dan Pereaksi .

2.4.2.1. Alat yang dipergunakan

(1) Photoelectric absorptiometer atau Spectrophotometer. Boleh juga dipergunakan tabung Nessler kapasitas 100 ml.

(2) Delapan buah labu ukur kapasitas 100 ml.

2.4.2.2. Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Asam sulfat, larutan 5N

(2) Asam nitrat, larutan 5N

(3) Larutan urea
Larutkan 100 gram urea dalam 100 ml air.

(4) Hidroksilammonium klorida, larutan 100 g/1

(5) Ammonium asetat, larutan 500 g/1

(6) Larutan 2,2 bipyridyl
Larutan 0,5 g 2,2-bipyridyl dalam 100 ml asam klorida larutan satu normal.

(7) Larutan besi standar 10 mikrogram Fe/ml
Larutan 0,7022 g ammonium ferrosulfat heksahidrat murni, $(NH_4)_2SO_4$, $FeSO_4.6H_2O$ dalam 50 ml larutan asam sulfat dan encerkan dengan air menjadi 1000 ml.
Setiap mau pakai, ambil 100 ml larutan tersebut dan encerkan dengan air menjadi 1000 ml.

2.4.3. Prosedur

2.4.3.1. Penyiapan Grafik Kalibrasi

Ke dalam tujuh labu ukur 100 ml yang tersedia masing-masing dimasukkan sejumlah larutan besi standar yang berisi : 0,2; 0; 4,0; 10,0; 15,10 dan 20,0 ml.
Masing-masing ditambahi 16 ml larutan asam nitrat, 2 ml larutan urea dan 2 ml larutan hidroksil ammonium klorida. Campur dan biarkan selama dua menit.
Kemudian tambah 30 ml larutan ammonium asetat dan 5 ml larutan 2,2-bipyridyl dan encerkan sampai tanda dengan air. Ukur kerapatan optis larutan pada panjang gelombang 510 nm — 520 nm.
Gambarkan suatu grafik hubungan antara kerapatan optis

Encerkan 28,2 ml larutan 0,1N asam klorida menjadi 1000 ml dengan air.

(3) Perak nitrat, larutan 50 g/1.

2.5.3. Prosedur

2.5.3.1. Timbang 50 g contoh, masukkan ke dalam labu ukur 250 ml, encerkan sampai tanda dengan air.

2.5.3.2. Jika larutan tidak jernih, saring dengan kertas saring bebas klorida, hal ini akan menghilangkan kekeruhan yang disebabkan oleh Aluminium.
Jika kekeruhan tetap ada dalam filtrat, ini disebabkan oleh lilin (wax), hilangkan dengan mengocoknya dengan pelarut yang sesuai misalnya petrolium ether (light petroleum).

2.5.3.3. Untuk menyiapkan larutan klorida yang diketahui kepekatannya, ke dalam tabung Nessler kapasitas 100 ml tambahkan 1,0 ml larutan klorida standar, encerkan menjadi 50 ml dengan air, tambah 2 ml larutan asam nitrat, encerkan sampai tanda dan kocok.

2.5.3.4. Ke dalam tabung Nessler kapasitas 100 ml masukkan sejumlah tertentu contoh (menurut tabel di bawah) yang telah disiapkan di atas (3,1 dan 3,2), kemudian ditambah 2 ml larutan asam nitrat dan encerkan sampai tanda dengan air dan kocok.

Grade	Kadar klorida maksimum ppm bobot sebagai Cl	Volume larutan (ml)
Glasial	10	50
Encer (80%)	10	50
Teknis	20	25
Encer teknis (80%)	20	25

2.5.3.5. Ke dalam masing-masing tabung Nessler ditambahkan 1 ml larutan perak nitrat dan aduk.
Biarkan tabung di ruang gelap selama 5 menit kemudian kekeruhan yang timbul dibandingkan.

2.5.3.6. Jika kekeruhan yang timbul dalam larutan uji tidak melebihi yang timbul dalam larutan klorida yang diketahui kepekatannya, kadar klorida contoh untuk jenis mutu asam tertentu dapat dilihat pada tabel di atas (2.5.3.4.).

2.6. Uji Batas Logam Berat (termasuk besi)

2.6.1. Prinsip

Logam berat seperti timbal, tembaga dan besi dirubah menjadi sulfida dalam larutan ammoniakal, dan warna yang timbul dibandingkan dengan larutan timbal standar tertentu yang telah disiapkan (diperlukan) dengan Natrium sulfida dengan cara yang sama.

Tambah 40 larutan merkuri klorida, sambungkan dengan pendingin tegak (refluks-kondensor) dan panasi selama 2 jam pada penangas air yang mendidih. Dinginkan, tambah 10 gram Kalium yodida yang dilarutkan dalam masukkan dengan pipet 10,0 ml larutan yodium.

Goyangkan sampai Merkuri klorida melarut dan menggunakan mikro buret lakukan titrasi kembali dengan larutan Natrium tiosulfat.

Penambahan 0,5 ml larutan kanji dilakukan pada saat titik akhir titrasi hampir tercapai. Kerjakan blanko menggunakan jumlah volume pereaksi yang sama dan perlakuan yang sama tetapi tanpa contoh dan 30 ml larutan Natrium hidroksida.

2.7.4. Perhitungan

$$\text{Kadar asam formiat} = \frac{0,23\ (T_2 - T_3)}{M_7} \text{ persen berat sebagai HCOOH}$$

T_2 adalah jumlah ml 0,1N larutan Natrium tiosulfat yang dipergunakan uji blanko.

T_3 adalah jumlah ml 0,1N larutan Natrium tiosulfat yang dipergunakan contoh.

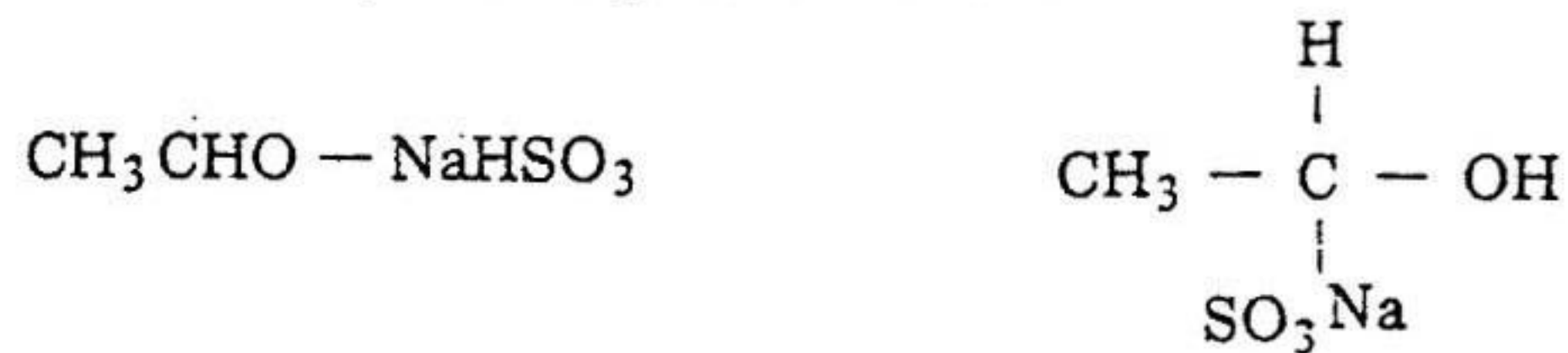
M_7 adalah jumlah gram contoh yang diuji.

2.8. Penentuan Kadar Asetaldehyde

2.8.1. Prinsip

Asetaldehyde yang ada dalam contoh dirubah secara kwantitatif menjadi produk lain dengan mereduksikannya dengan larutan Natrium hidrogen sulfat standar yang berlebihan.

Kelebihannya ditetapkan secara iodometris.

$CH_3CHO - NaHSO_3$ $\qquad$ $CH_3 - C(H)(SO_3Na) - OH$

2.8.2. Alat dan Pereaksi

2.8.2.1. Alat Labu ukur kapasitas 50 ml

2.8.2.2. Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Natrium hidrogen sulfat, larutan disiapkan baru. Larukan 16,6 g Natrium metabisulfit, $Na_2S_2O_5$, dalam air dan encerkan menjadi 1000 ml.

(2) Natrium tiosulfat, larutan 0,02N

(3) Yodium, larutan 0,02N

(4) Kanji, 10 g/l disiapkan baru.

2.8.3. Prosedur

2.8.3.1. Timbang 10 ml contoh dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml yang berisi 10 ml air. Tambah 5,0 ml larutan Natrium hidrogen sulfat (dari mikroburet 5 ml), encerkan dengan air sampai tanda, aduk baik-baik dan biarkan selama 30 menit.